

Use of hexamethylcyclotrisiloxan as fragrance carrier material

Patent number: EP0118625
Publication date: 1984-09-19
Inventor: STORP BRUNO DR; STEINER WALTER DR
Applicant: MARTENS O DR & CO (DE)
Classification:
- international: A61L9/04; A61L9/01
- european: A61L9/01; C11D3/50B
Application number: EP19830113258 19831231
Priority number(s): DE19833304822 19830211; DE19833311642 19830330

Also published as:

EP0118625 (A3)
DE3311642 (A1)
EP0118625 (B1)

Cited documents:

FR2229753
JP54046847

Abstract of EP0118625

1. Use of hexamethylcyclotrisiloxane as a scent carrier material in air fresheners, lavatory bowl blocks or urinal tablets, optionally in combination with further volatile or non-volatile additives for reducing the sublimation rate of the hexamethylcyclotrisiloxane.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY

⑫

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

⑳ Anmeldenummer: 83113258.4

⑤① Int. Cl.³: **A 61 L 9/04**
A. 61 L 9/01

㉔ Anmeldetag: 31.12.83

③① Priorität: 11.02.83 DE 3304822
30.03.83 DE 3311642

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
19.09.84 Patentblatt 84/38

⑧④ Benannte Vertragsstaaten:
AT CH DE FR GB IT LI NL SE

⑦① Anmelder: Dr. O. Martens & Co. Nachf.
Oberdillerstrasse 18
D-8021 Baierbrunn(DE)

⑦② Erfinder: Storp, Bruno, Dr.
Rotwandstrasse 8
D-8023 Gosseshellohe(DE)

⑦② Erfinder: Steiner, Walter, Dr.
Ludwig-Dürr-Strasse 9
D-8021 Icking(DE)

⑦④ Vertreter: Kressin, Horst-Rüdiger, Dr. et al,
DIEHL & KRESSIN Flüggenstrasse 17
D-8000 München 19(DE)

⑤④ Geruchsverbesserer und Verfahren zu seiner Herstellung.

⑤⑦ Die Erfindung betrifft einen Geruchsverbesserer auf Basis von Hexaalkylcyclotrisiloxan und eines Riechstoffs und/oder eines Riechstoffgemisches. Der Geruchsverbesserer enthält gegebenenfalls zusätzlich eine die Verdampfungsgeschwindigkeit des Hexaalkylcyclotrisiloxan herabsetzende Verbindung und gegebenenfalls noch weitere kosmetische oder desinfizierende Hilfsstoffe. Die erfindungsgemäßen Geruchsverbesserer sind z.B. einsetzbar als Raumbedufter, Toilettenkugeln oder für die Textilbeduftung.

1

5

10

15

Geruchsverbesserer und Verfahren zu seiner Herstellung

20

Die Erfindung betrifft einen Geruchsverbesserer auf Basis
25 eines Riechstoffträgermaterials und eines Riechstoffs
oder Riechstoffgemisches.

Aus der DE-AS 10 63 309 ist die Verwendung von elastischem,
kalt verformbaren Methylphenylpolysiloxan als Einbettungs-
30 masse für Riechstoffe bekannt. Die bekannte Polysiloxanmasse
dient dazu, die Abgabe des Riechstoffs über einen längeren
Zeitraum auszudehnen. Die bekannte Einbettungsmasse hat je-
doch den Nachteil, daß sie nicht verdampft, sondern nach der
Abgabe des Riechstoffs zurückbleibt und somit das Ende der
35 Riechstoffabgabe nicht oder nur sehr schwer erkennbar ist.

1

Der Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, einen Geruchsverbesserer zur Verfügung zu stellen, der bei Raumtemperatur möglichst weitgehend verdampft, um dem Verbraucher das Ende der Riechstoffabgabe erkennbar zu machen. Eine weitere Aufgabe ist es, einen physiologisch unbedenklichen Geruchsverbesserer zur Verfügung zu stellen, der keinerlei Geruchsbelästigung verursacht. Eine weitere Aufgabe ist es, einen Geruchsverbesserer zur Verfügung zu stellen, der versprühbar ist oder in Wasser schwimmfähig ist.

15

Die Aufgabe wird gelöst durch einen Geruchsverbesserer, enthaltend Hexaalkylcyclotrisiloxan und gegebenenfalls weitere verdampfbare oder nicht verdampfbare Zusätze zur Verringerung der Sublimationsgeschwindigkeit des Hexaalkylcyclotrisiloxans und gegebenenfalls weitere bekannte Hilfsstoffe.

20

Geeignet als Duftstoffträgermaterial sind insbesondere Hexamethyl-, Hexaethyl-, Hexapropyl-, Hexaisopropyl-, Hexabutyl- oder Hexa-t-butylcyclotrisiloxan.

25

Das am besten geeignete Trägermaterial ist das Hexamethylcyclotrisiloxan, das einen Schmelzpunkt von etwa 64 bis 66°C aufweist und das bei Raumtemperatur relativ schnell verdampft.

30

Der erfindungsgemäße Geruchsverbesserer wird insbesondere als Raumbedufter, Toilettenspüleinsatz, für Toilettenkugeln, Auftriebskörper in Toilettenspülkästen, als sprühfähige Aerosolmischung usw. verwendet.

35

Je nach Anwendungszweck wird vorzugsweise ein festes

1 Hexaalkylcyclotrisiloxan bzw. ein flüssiges Hexaalkyl-
cyclotrisiloxan verwendet. Für die sprühfähigen Aerosol-
mischungen kann z.B. das Hexaethylcyclotrisiloxan vor-
teilhaft eingesetzt werden.

5

Geeignete Riechstoffe für das erfindungsgemäße Träger-
material sind natürliche und synthetische Riechstoffe,
insbesondere solche, die z.B. als funktionelle Gruppen
Alkohol-, Äther-, Ester-, Aldehyd-, Keto-, Säure-,
10 Nitril-, Nitro-Gruppen enthalten oder eine Terpen- oder
Sesquiterpen-Gruppe, z.B. Anethol, Anisaldehyd, Vanillin
oder Citronellal. Als geeignete Riechstoffe sind auch
N-haltige organische Verbindungen und aliphatische und
aromatische Kohlenwasserstoffe mit gesättigten und/oder
15 ungesättigten Substituenten einsetzbar. Geeignete ätheri-
sche Öle sind z.B. Anisöl, Bergamotteöl, Campheröl,
Citronellöl, Citronenöl, Eucalyptusöl, Fichtennadelöle,
Geraniumöl, Lavendelöl, Lemongrasöl, Nelkenöl, Orangen-
öl, Pomeranzenöl, Pfefferminzöl, Rosenöl, Spiköl, Terpen-
20 tinöl und Zimtöl.

Die Menge an Hexaalkylcyclotrisiloxan-Verbindung beträgt
0,5 bis 98 Gew.-%, insbesondere 2 bis 60 Gew.-%, bezogen
auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers. Die Menge
25 des Riechstoffs bzw. der Riechstoffkomposition beträgt
2 bis 50 Gew.-%, insbesondere 3 bis 12 Gew.-%, bezogen
auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers.

Das erfindungsgemäß eingesetzte Trägermaterial kann Sta-
30 bilisatoren enthalten, die eine Polymerisation der ver-
dampfbaren Siloxanverbindung zu nicht verdampfbaren,
hochpolymeren Siloxanverbindungen verhindert bzw. ver-
zögert. Auf diese Weise kann eine eventuelle Beeinträch-
tigung der Verdampfungsgeschwindigkeit der erfindungsge-
35 mäßigen Trägermaterialien, die bei einer längeren Lagerung

1 eintreten kann, weitgehend verhindert werden. Als Stabi-
lisatoren für die Hexaalkylcyclotrisiloxane sind z.B.
Erdalkalimetalloxide, insbesondere MgO, BaO und/oder
CaO, geeignet. Die Menge des gegebenenfalls zugesetzten
5 Stabilisators beträgt 0,1 bis 1 Gew.-%, bezogen auf das
Gewicht des Hexaalkylcyclotrisiloxans.

Die Sublimationsgeschwindigkeit des Hexaalkylcyclotri-
siloxans, insbesondere des Hexamethylcyclotrisiloxans,
10 macht sich vorteilhafterweise dann bemerkbar, wenn das
Siloxan als Lift für das Parfumöl verwendet wird, d.h.
wenn der Geruchsverbesserer nur aus dem Siloxan und dem
Parfumöl besteht und wenn das Siloxan in kleiner Menge
eingesetzt wird, z.B. zu 0,5 bis 30%, bezogen auf das
15 Gesamtgewicht aus Parfumöl und Siloxan.

Die Sublimationsgeschwindigkeit des Hexaalkylcyclotri-
siloxans ist für einige Anwendungsgebiete zu hoch. Dem
Trägermaterial werden daher Zusatzstoffe zugegeben, die
20 die Sublimationsgeschwindigkeit des Siloxans herabsetzen.
Der Geruchsverbesserer kann aber auch mit Zusatzstoffen
umhüllt werden, die nach dem Auftragen bei Raumtempera-
tur erstarren und die die Sublimationsgeschwindigkeit
herabsetzen. Geeignete Zusatzstoffe sind z.B. Paraffin,
25 Stearin, Paraffinöl, Ester von Harzsäuren, Polyamidharze,
Ethylcellulose, Vinylacetat-Vinylchlorid-Mischpolimerisa-
te, Polyvinylalkohol, Gelatine, Stärke, Epoxidharze,
Polychloroprene, Polyisobutylene, Kampfer, Naphtalin,
Tetramethylcyclobutandion, Trialkyltrioxan, Klebstoffe,
30 Camphen, Tricyclodecan, Montanharz, Montanwachs, Poly-
vinylacetat, Polyvinylpyrrolidon, Calciumcarbonat, Ton,
Seife, Aluminiumoxid, Resinoide, Wasserglas, Silikate,
Kieselerde, ~~Cumaron-Ethen-Harze~~, ~~Acrylnitril-Butadien-Misch-~~
~~polymerisate~~, Polyvinylpropionat, Cellulosederivate, wie Methylcellu-
lose; Melamin-Formaldehydharz, Furanharze, Polyurethane, Casein,
35 Alginate, Glutin und/oder Dextrin.

1 Die Zusatzstoffe werden, sofern es sich um Feststoffe han-
delt, in sehr fein verteilter Form zum Duftstoffträger
zugemischt, die Teilchengröße der Zusätze ist nicht kri-
tisch. Sie liegt aber vorzugsweise bei 0,5 mm und darun-
5 ter. Die festen, nicht verdampfbaren Zusatzstoffe sind
möglichst homogen im Geruchsverbesserer verteilt und lie-
gen nur in einer geringen Menge vor, so daß sie beim Ver-
dampfen des Duftstoffträgers und des Riechstoffs in gleich-
mäßiger fein verteilter Form anfallen.

10 Der Zusatzstoff kann auch aus einem Feststoff bestehen,
der dem Geruchsverbesserer in Wasser einen Auftrieb ver-
leiht, z.B. Schaumstoffteilchen aus Polyurethan oder Poly-
styrol. Diese Geruchsverbesserer sind schwimmfähig und
15 werden daher bevorzugt für die Wasserreservoirbehälter
von Toilettenspülanlagen verwendet. Daneben enthalten die-
se Geruchsverbesserer vorzugsweise noch Tenside und/oder
Desinfektionsmittel.

20 Die Zusatzstoffe können sowohl mit dem Siloxanträgermate-
rial vermischt und/oder als Umhüllung auf den Geruchsver-
besserer aufgebracht werden.

25 Die in Wasser und/oder einem Lösungsmittel löslichen Zu-
satzstoffe können in Form der Lösung auf das Siloxanträ-
germaterial aufgebracht werden. Dies kann z.B. durch Ein-
tauchen des Geruchsverbesserers in eine Lösung oder durch
das Aufsprühen der Lösung auf die Oberfläche des Geruchs-
verbesserers vorgenommen werden. Nach dem Aufbringen der
30 Lösung wird das Lösungsmittel durch Verdampfen abgezogen.
Der Vorgang des Eintauchens bzw. Besprühens kann auch
mehrfach erfolgen. Die Sublimation des Siloxanträgermate-
rials darf jedoch nicht völlig verhindert werden.

1 Das Aufbringen des Zusatzstoffes auf die Oberfläche des
Geruchsverbesserers, bestehend aus dem Hexaalkylcyclo-
trisiloxan, Riechstoff und gegebenenfalls weiteren Hilfs-
5 Zusatzstoffes vorgenommen werden. Die Dicke des Über-
zugs aus der Schmelze des Zusatzstoffes kann z.B. durch
mehrfaches Eintauchen in die Schmelze so eingestellt
werden, bis die gewünschte Sublimationsgeschwindigkeit
des Siloxanträgermaterials erreicht ist. Auf diese Weise
10 kann die gewünschte Sublimationsrate anhand einfacher La-
borversuche auf den jeweiligen Anwendungsfall eingestellt
werden. Auch das Ausmaß der Wasserlöslichkeit eines was-
serlösliche Substanzen enthaltenden Geruchsverbesserers
kann durch die Art und Dicke des Überzugs in gewünschter
15 Weise beeinflusst werden.

Die Zusatzstoffe werden im allgemeinen in einer Menge
von 6 bis 50 Gew.-%, insbesondere 10 bis 40 Gew.-%, be-
zogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers, zu-
20 gesetzt.

Gemäß einer Ausgestaltung der Erfindung kann der Geruchs-
verbesserer auch aus einem Treibgas, einem Hexaalkyl-
cyclotrisiloxan, insbesondere Hexamethylcyclotrisiloxan
25 und einem Parfumöl bestehen. Als Treibgas werden z.B. ein Fluor-
kohlenwasserstoff, Propan oder Butan eingesetzt. Das Par-
fumöl bzw. die Riechstoffkomposition kann auch ersetzt
werden durch ein Desinfektionsmittel, sofern das Desin-
fektionsmittel keinen unangenehmen Geruch besitzt.

30 Die Aerosolmischung kann gegebenenfalls neben dem Parfum-
öl auch Desinfektionsmittel zusätzlich enthalten. Das
Aerosolgemisch wird unter Druck in Sprühvorrichtungen ein-
gefüllt. Das Aerosolgemisch kann als weißes trockenes
35 Pulver ausgesprüht werden, das rückstandslos verdampft,

1 und zwar in Abhängigkeit von der ausgesprühten Menge.
Die Aerosolmischungen eignen sich insbesondere als Raum-
bedufter, Kleiderspray, Möbelspray oder auch als Christ-
baumspray zur Erzeugung von künstlichem Schnee. Der Vor-
5 teil des Sprays liegt darin, daß der Duft hinsichtlich der
Stärke und der Zeitdauer exakt dosiert werden kann und
daß der Verbraucher sofort erkennt, wenn die Duftquelle
verbraucht ist, und zwar dadurch, daß das ausgesprühte
Material verdampft ist. Bei WC-Desinfektionssprays kann
10 der Parfümölzusatz relativ gering gehalten werden oder er
kann auch ganz weggelassen werden. Die Menge des Hexa-
alkylcyclotrisiloxans, insbesondere des Hexamethylcyclo-
trisiloxans in den Aerosolmischungen liegt bei etwa
20 bis 60 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der flüs-
15 sigen Aerosolmischung.

Es kann von Vorteil sein, daß der Duftstoffträger für
spezielle Anwendungsgebiete, z.B. wenn er als Toiletten-
kugel verwendet wird, Waschhilfsstoffe, Tenside und/oder
20 Desinfektionsmittel enthält. Als Tenside können alle an
sich bekannten Tenside verwendet werden, z.B. anionakti-
ve, kationaktive, nichtionogene und amphotere Tenside,
wie Seifen, Sulfonate, Aminsalze, Invertseifen, quar-
täre Ammoniumverbindungen, Äthoxylate, Aminoxide und/
25 oder Betaine.

Als Waschhilfsstoffe kommen z.B. Harnstoff, Natrium-
sulfat und/oder Natriumcarbonat in Frage.

30 Als Desinfektionsmittel werden insbesondere Grobdesin-
fektionsmittel eingesetzt, die zur Bekämpfung von patho-
genen Mikroorganismen geeignet sind, z.B. Chlorate,
Hypochlorite, Chlorkalk, Chloramine, Methyl- und/oder
Chlorderivate des Phenols, Chinolin, Acridin, quartäre
35 Ammoniumverbindungen, Amphotenside und Gemische davon.

Die Tenside und Waschhilfsstoffe dienen zur gleichzeitigen Reinigung der Toilettenbecken, in denen die erfindungsgemäßen Geruchsverbesserer angeordnet werden. Die Menge dieser Hilfsstoffe (Tenside, Waschhilfsstoffe und/oder Desinfektionsmittel) beträgt 3 bis 15 Gew.-%, insbesondere 5 bis 10 Gew.-%, entweder als Einzelverbindung oder als Gemisch, bezogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers.

Die erfindungsgemäßen Geruchsverbesserer können hergestellt werden, indem man die Hexa(C₁-C₄-alkyl)-cyclotrisiloxanverbindung mit der Riechstoffkomponente bzw. der Riechstoffkomposition homogen vermischt und gegebenenfalls die Zusätze hinzugibt und die Mischung dann zu einem Duftstoffträgerkörper verpreßt unter Druckanwendung und gegebenenfalls unter zusätzlicher Wärmeeinwirkung. Das Verpressen der Bestandteile des Duftstoffträgers kann z.B. durch übliche Pressen, die zur Herstellung von Tabletten oder Kugeln oder Kapseln geeignet sind, vorgenommen werden.

Eine besonders homogene und dichte Packungsform wird erreicht, wenn die Bestandteile des Duftstoffträgermaterials durch Verschmelzen miteinander vermischt und dann abgekühlt werden.

Die Verringerung der Sublimationsgeschwindigkeit des erfindungsgemäß eingesetzten Siloxans kann nach einer vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung auch dadurch erreicht werden, daß die körperlichen Duftstoffträgermaterialien mit einem die Sublimation herabsetzenden Überzug versehen werden, insbesondere bestehend aus Polyvinylalkohol, Polyvinylpyrrolidon, Montanwachs, Montanharz und/oder Tricyclodecan. Die Preßlinge aus Hexaalkylcyclotrisiloxan, insbesondere Hexamethylcyclotrisiloxan und Riechstoff, werden vorzugsweise in ein Tauchbad, enthaltend

1 den sublimationshemmenden Zusatzstoff als Schmelze oder
Lösung, eingetaucht, um den Überzug aufzubringen. Ein be-
sonders geeignetes Tauchbad besteht z.B. aus einer Lösung
5 von Polyvinylacetat und/oder Polypyrrolidon in Alkylalko-
hol, wie Methanol, Ethanol, Isopropanol. Dabei werden ins-
besondere Zusatzstoffe als Überzugsmaterialien verwendet,
die ebenfalls sublimieren, aber eine geringere Sublima-
tionsgeschwindigkeit aufweisen als Hexamethylcyclotrisi-
loxan. Für diesen Zweck sind insbesondere Campher,
10 Champhen, Tricyclodecan und/oder Tetramethylcyclubutandion
geeignet.

Es ist außerdem festgestellt worden, daß das Hexaalkylcyclo-
trisiloxan, insbesondere das Hexamethylcyclotrisiloxan,
15 als Lift für den verwendeten Riechstoff wirkt. Dies
macht sich bei Riechstoffen mit geringem Dampfdruck be-
sonders vorteilhaft bemerkbar.

Nach einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung können
20 auch Zusatzstoffe verwendet werden, die eine eigene Riech-
stoffwirkung besitzen, z.B. Campher, Camphen, Tricyclo-
decan und einige Desinfektionsmittel. In diesem Fall
kann auf den Zusatz eines Parfümöls verzichtet werden,
falls der Anwendungszweck dies zuläßt.

25 Besonders bevorzugt als Zusatzstoff für die Herabsetzung
der Sublimationsgeschwindigkeit des Hexamethylcyclotri-
siloxans ist das Trialkyltrioxan. Besonders bevorzugt ist
das Tri(C₃-C₆-alkyl)-trioxan, insbesondere das Triisopro-
30 pyltrioxan und Tri-t-butyltrioxan.

1 Die Erfindung wird durch die folgenden Beispiele näher
erläutert:

Beispiel 1

5 4,75 g Hexamethylcyclotrisiloxan wurden mit 0,25 g Terpi-
neol vermischt und dann zu einer lose gepackten Tablette
verpreßt. Beim Stehenlassen der Tablette bei Raumtempera-
tur waren nach 5 Tagen 50 % (2,5 g) des Duftstoffkörpers
verdampft.

10

Beispiel 2

Es wurden 20 g Hexamethylcyclotrisiloxan in 80 g der Riech-
stoffkomposition "drom C" aufgelöst. Die Riechstoffkompo-
15 sition "drom C" besteht aus

10 g Citronellal
40 g Citronellaöl Java
9 g Citronellol
20 1 g sog. Aldehyd 16
10 g Benzylacetat
20 g Litcea-cubebaöl
10 g Terpeneol

25 Eingearbeitet in Seifen oder wenn man Zellstoff mit der
Lösung tränkt, ergibt diese Mischung einen intensiveren
Geruch als bei Verwendung der Riechstoffkomposition ohne
das Siloxan. Das Siloxan wirkt somit als sog. Lift für den
Riechstoff.

30

Beispiel 3

35 3,5 g Hexamethylcyclotrisiloxan, 2 g Paraffinöl und 0,5 g
Terpeneol wurden miteinander vermischt und dann zu einem

1 kugelförmigen Riechstoffträger (lose gepacktes Pulver)
verpreßt. Beim Stehenlassen der Probe beim Raumtempera-
tur waren nach 25 Tagen 2 g (33,3 %) des Duftstoffkörpers
verdampft.

5

Beispiel 4

10 Es wurden 2,5 g Hexamethylcyclotrisiloxan, 2 g Kampfer
und 0,5 g der Riechstoffkomposition "drom C" vermischt
und anschließend zu einer lose gepackten Tablette ver-
preßt. Die Riechstoffkomposition "drom C" ist identisch
mit der in Beispiel 2 beschriebenen Zusammensetzung.

15 Die Probe wurde bei Raumtemperatur gelagert und dann die
Sublimationsgeschwindigkeit bestimmt. Nach einer Lagerung
von 14 Tagen waren insgesamt 3 g des Duftstoffkörpers ver-
dampft.

20

Beispiel 5

25 Es wurde eine Probe hergestellt aus 3 g Hexamethylcyclotri-
siloxan, 0,6 g der Riechstoffkomposition "drom C" und
2,4 g Paraffinwachs als sublimationshemmenden Zusatzstoff.
Nach ca. 15 Tagen waren 2,8 g des Duftstoffkörpers verdampft.

Beispiel 6

30

Es wurde eine Probe hergestellt aus 3 g Hexamethylcyclo-
trisiloxan, 0,6 g Riechstoffkomposition "drom C" und
2,4 g Polyethylenglycol mit einem Molekulargewicht von
1500 bis 4000 als Zusatzstoff. Nach 14 Tagen waren ca. 2,5 g
35 der Substanzen verdampft.

1 Beispiel 7

Es wurden 5 g Hexamethylcyclotrisiloxan, 3 g Ethyl-
cellulose und 1 g Terpeneöl vermischt und das so her-
gestellte Pulver hinsichtlich der Sublimationsgeschwin-
digkeit untersucht. Es wurde festgestellt, daß bei La-
gerung bei Raumtemperatur nach 16 Tagen 3,5 g des Pul-
vers verdampft waren.

10 Beispiel 8

5 g Hexamethylcyclotrisiloxan wurden mit 0,5 g Terpeneöl
vermischt und zu einer Tablette verpreßt. Die so herge-
stellte Tablette wurde dann mit einem Polyurethanlack
überzogen. Der Überzug kann durch Besprühen oder durch
Eintauchen in ein Polyurethan-Lackbad hergestellt werden.
Die Verdampfungsrate des Siloxans wurde durch den Überzug
erheblich herabgesetzt.

20 Beispiel 9

Es wurden 3,5 g Hexamethylcyclotrisiloxan mit 2 g Paraffin-
öl und 0,5 g Terpeneöl vermischt und zu einer flachen,
linsenförmigen Tablette verpreßt. Danach wurde die so
hergestellte Tablette mit einer dampfdurchlässigen Kunst-
stoffolie auf beiden Seiten überzogen. Beim Lagern der
so präparierten Tablette bei Raumtemperatur wurde eine
erhebliche Verringerung der Sublimationsgeschwindigkeit
gegenüber der nicht beschichteten Tablette festgestellt.
Nach 25 Tagen waren bei Raumtemperatur nur 0,5 g
des Duftstoffkörpers verdampft.

1 Beispiel 10

Es wurden 6,2 g Hexamethylcyclotrisiloxan mit 0,3 g Kieselgel, 0,5 g Paraffinwachs, 2 g Campher und 1 g Camphen
5 homogen gemischt und in einer Handpresse zu einem tablettenförmigen, festen Riechstoffkörper verpreßt. Die Verdampfungsrate betrug bei Raumtemperatur nach 15 Tagen
6 g, bezogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers.

10 Beispiel 11

15 g Hexamethylcyclotrisiloxan, 6 g Tricyclodecan und
1,0 g Terpeneol wurden homogen miteinander vermischt
und dann mit einer Handpresse zu einem kugelförmigen
15 Riechstoffträger verpreßt. Beim Stehenlassen der Probe
bei Raumtemperatur waren nach 17 Tagen 14 g des Duftstoffkörpers verdampft. Die gleiche Probe, jedoch ohne
den zusätzlichen Riechstoff Terpeneol wies die gleiche
Verdampfungsrate auf.

20

Beispiel 12

Es wurden 15 g Hexamethylcyclotrisiloxan, 4 g Montanwachs und 1,0 g der Riechstoffkomposition "drom C" gemäß
25 Beispiel 4 vermischt und anschließend mit einer Handpresse zu einer lose gepackten Tablette verpreßt.

Die Probe wurde bei Raumtemperatur gelagert und dann die Sublimationsgeschwindigkeit bestimmt. Nach einer
30 Lagerung von 17 Tagen waren insgesamt 13 g des Duftstoffkörpers verdampft.

35

Beispiel 13

Es wurde eine Geruchsverbesserer-Tablette, bestehend aus 19 g Hexamethylcyclotrisiloxan und 1 g Citronellaöl in eine Lösung von Polyvinylacetat und Polyvinylpyrrolidon in Isopropanol getaucht und anschließend bei Raumtemperatur getrocknet. Nach der Trocknung hatte sich ein gleichmäßiger, dünner Überzug aus Polyvinylacetat/Polyvinylpyrrolidon auf der Oberfläche der Geruchsverbesserer-Tablette gebildet. Die mit der Kunststoffhülle umgebene Tablette wurde bei Raumtemperatur gelagert, um die Verdampfungsrate zu bestimmen. Nach 14 Tagen war der Geruchsverbesserer verdampft, wobei die zusammengefallene Kunststoffhülle zurückblieb.

Der obige Versuch wurde wiederholt, jedoch mit der Ausnahme, daß die Tablette zweimal in die obige Lösung eingetaucht wurde. Es wurde festgestellt, daß die Sublimationsrate dieser Tablette geringer war als die der Probe, die nur einmal in die Polyvinylacetat/Polyvinylpyrrolidon-Lösung getaucht worden war.

Beispiel 14

Es wurden zwei Geruchsverbesserer-Tabletten aus jeweils 19 g Hexamethylcyclotrisiloxan und 1 g Isobornylacetat hergestellt. Die erste Tablette wurde dann einmal in eine Schmelze von Montanwachs getaucht. Nach dem Erstarren des Überzugs wurde die Sublimationsrate bei Raumtemperatur bestimmt. Sie betrug nach 1 Tag 6,8 g, bezogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers.

Bei der zweiten Tablette wurde das Eintauchen in die Montanwachs-Schmelze dreimal wiederholt, um einen dreifachen Überzug auf die Tablette herzustellen. Die Sublimationsrate betrug bei dieser Probe nur 3,8 g pro Tag.

1 Beispiel 15

Es wurde ein Aerosol aus den folgenden Bestandteilen hergestellt:

5

40 % Hexamethylcyclotrisiloxan

4 % Riechstoffkomposition "drom C"

56 % Fluor-Kohlenwasserstoff als Treibgas

10

Beim Aussprühen des Gemisches aus einem unter Druck stehenden Sprühbehälter bildet sich ein weißer, trockener Schnee, der je nach der ausgesprühten Menge innerhalb von 2 bis 10 h rückstandslos unter Beduftung des Raumes verdampft.

15

20

25

30

35

Ansprüche

1. Geruchsverbesserer, enthaltend ein Riechstoffträgermaterial und einen Riechstoff, dadurch gekennzeichnet, daß er Hexaalkylcyclotrisiloxan und gegebenenfalls weitere verdampfbare oder nicht verdampfbare Zusätze zur Verringerung der Sublimationsgeschwindigkeit des Hexaalkylcyclotrisiloxans enthält.
2. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß er zusätzlich kosmetische oder desinfizierende Hilfsstoffe oder Waschlösungsmittel enthält.
3. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Hexaalkylcyclotrisiloxan ein Hexa(C₁-C₄-alkyl)-cyclotrisiloxan ist.
4. Geruchsverbesserer nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Hexaalkylcyclotrisiloxan ein Hexamethyl-, Hexaethyl-, Hexapropyl-, Hexaisopropyl-, Hexabutyl- oder Hexa-*t*-butylcyclotrisiloxan ist.
5. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß er als Zusatzstoff Paraffin, Stearin, Paraffinöl, Ester von Harzsäuren, Polyamidharze, Ethylcellulose, Vinylacetat-vinylchloridcopolymere, Polyvinylalkohol, Gelatine, Stärke, Epoxydharze, Polychloropren, Polyisobutylene, Kampfer, Naphthalin, Tetramethylcyclobutandion, Trialkyltrioxan, Klebstoffe, Campher, Tricyclodecan, Montanharz, Paraffinwachs, Montanwachs, Polyvinylacetat, Polyvinylpyrrolidon, Calciumcarbonat, Ton, Aluminiumoxid, Resinoide, Wasserglas, Silicate, Kieselerde und/oder ein Treibgas enthält.

6. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß er als Riechstoff natürliche oder synthetische Parfümöle, Kohlenwasserstoffe, Resinoide und/oder Absuloe enthält.
7. Geruchsverbesserer nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß er als Parfümöl solche enthält, die als funktionelle Gruppen Hydroxyl-, Äther-, Ester-, Aldehyd-, Säure-, Nitril-, Keto- oder Nitro-Gruppen, Chloratome und/oder Terpen-Gruppen enthält.
8. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Zusatzstoffe fest sind und den Geruchsverbesserer in Form einer dampfdurchlässigen Hülle umgeben.
9. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß er 0,5 bis 98 Gew.-%, insbesondere 2 bis 60 Gew.-% Hexaalkylcyclotrisiloxan enthält, bezogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers.
10. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß er 2 bis 50 Gew.-% Riechstoffe und/oder Riechstoffkompositionen enthält, bezogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers.
11. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß er 6 bis 50 Gew.-% gasförmige, flüssige und/oder feste Zusatzstoffe enthält, bezogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers.
12. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß er 3 bis 15 Gew.-% Tenside, Waschhilfsstoffe und/oder Desinfektionsmittel enthält, bezogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers.

13. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1 , dadurch g e -
k e n n z e i c h n e t , daß er 0,1 bis 1 Gew.-% wenig-
stens eines Erdalkalimetalltoxids enthält, bezogen auf
das Gewicht des Hexaalkylcyclotrisiloxans.

14. Verfahren zur Herstellung des Geruchsverbesserers nach
einem der Ansprüche 1 bis 14 , dadurch g e k e n n z e i c h -
n e t , daß man das Hexaalkylcyclotrisiloxan mit dem
Riechstoff und/oder der Riechstoffkomposition gegebenen-
falls unter Zusatz weiterer Hilfsstoffe vermischt und
das Gemisch dann zu einem Gegenstand formt oder das Ge-
misch in eine versprühbare Masse umwandelt.

15. Verfahren nach Anspruch 14 , dadurch g e k e n n -
z e i c h n e t , daß man den Gegenstand in ein Tauch-
bad, enthaltend wenigstens einen der Zusatzstoffe zur
Verringerung der Sublimationsgeschwindigkeit des Hexa-
alkylcyclotrisiloxans taucht oder mit einer Lösung oder
Schmelze, enthaltend wenigstens einen der Zusatzstoffe,
besprüht, um den Gegenstand mit einer dampfdurchlässigen
Hülle zu versehen.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.